

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-181113

(43)公開日 平成6年(1994)6月28日

(51)Int.Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

FI

技術表示箇所

H01F 1/14
1/153
27/24

H01F 1/14

Z

C

審査請求 未請求 請求項の数1(全7頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平4-332946

(22)出願日 平成4年(1992)12月14日

(71)出願人 000003078

株式会社東芝

神奈川県川崎市幸区堀川町72番地

(72)発明者 沢 孝雄

神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜事業所内

(72)発明者 高橋 由美子

神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜事業所内

(74)代理人 弁理士 須山 佐一

(54)【発明の名称】 Fe基恒透磁率磁心

(57)【要約】

【目的】 切断等によりギャップを形成することなく、高周波域において高飽和磁束密度および低損失を示し、かつ優れた直流重畳特性が得られる、Fe基恒透磁率磁心を提供する。

【構成】 Fe基結晶相とアモルファス相とを有するFe基合金からなる磁心であって、Fe基結晶相は平均結晶粒径が35nm～60nmの範囲の微細結晶粒からなるものである。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 Fe基結晶相とアモルファス相とを有するFe基合金からなる磁心であって、前記Fe基結晶相は平均結晶粒径が35nm〜60nmの範囲の微細結晶粒からなることを特徴とするFe基恒透磁率磁心。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、恒透磁率性を有するFe基磁心に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、スイッチングレギュレータ等の高周波域で使用される磁心には、パーマロイ、フェライト等の結晶質材料が主に用いられてきた。しかし、パーマロイは比抵抗が小さいため、高周波域での鉄損が大きいという欠点を有していた。また、フェライトは高周波域での損失は小さいものの、磁束密度もせいぜい5000Gと小さいため、大きな動作磁束密度で使用するに飽和に近くなり、その結果として鉄損が増大してしまう。近時、スイッチングレギュレータに用いられる電源トランスやチョークコイル等は、いずれも形状の小形化が望まれており、この場合、動作磁束密度の増大を図る必要があるが、フェライトの動作磁束密度の増加に伴う損失の増大は実用上大きな問題となる。

【0003】そこで、結晶構造を持たないアモルファス磁性合金が、高透磁率、低保磁力等の優れた軟磁気特性を示すことから注目を集め、一部実用化されている。アモルファス磁性合金は、Fe、Co、Ni等を基本とし、これに非晶質化元素としてP、C、B、Si、Al、Ge等を添加したものである。しかし、これらアモルファス磁性合金の全てが高周波域で鉄損が小さいというわけではない。

【0004】例えば、Fe基アモルファス合金は、安価で、50Hz〜60Hzの低周波域ではケイ素鋼の約1/4という非常に小さい鉄損を示すが、10kHz〜50kHzという高周波域にあっては著しく大きな鉄損を示し、スイッチングレギュレータ等の高周波用磁性部品には適合しない。これを改善するために、Feの一部をNb、Mo、Cr等の非磁性金属で置換することにより低磁歪化し、低鉄損、高透磁率を図っているが十分とは言えず、また例えば樹脂モールド時の硬化収縮による磁気特性の劣化が比較的大きいため、高周波域で用いられる軟磁性材料としては十分な特性を得られるには至っていない。

【0005】一方、Fe-Si-B系にCuをNb等と共に添加した溶融合金を、超急冷して一旦アモルファス状態とした後、その結晶化温度以上の温度で熱処理し、平均粒径10nm程度の超微細な結晶粒を析出させることによって、優れた軟磁気特性が得られることが知られている（例えばEP0-0271657参照）。このような超微細結晶粒を有するFe基軟磁性合金の磁気特性は、例えば直流保磁力5mOe、非透磁率 10^5 （1kHz）であり、また高周波域においても低損失を示す。

【0006】上述した超微細結晶粒を有するFe基軟磁性合金は、高透磁率が必要とされるような用途には適するものの、優れた直流重畳特性が要求されるような用途、例えばチョークコイルやトランス等として使用する場合には、低磁場で容易に飽和状態に達してしまうことから、そのままでは使用することができない。このような場合には、上記超微細結晶粒を有するFe基軟磁性合金の薄帯を巻回する等によって作製した磁心に、磁氣的なギャップを形成する必要がある。このため、樹脂含浸、キュアおよびギャップ形成のための切断等の各工程が必要となるため、磁心の製造工程が非常に複雑となり、製造コストが大幅に増大してしまうという問題を招いていた。また、ギャップの形成に伴って生じる漏れ磁束は、周辺機器に対するノイズの発生原因となるという問題もあった。さらに、ギャップを形成することによって、トランス等として使用する際の温度上昇が大きくなり、例えば電源効率を低下させる等、特性上の劣化をも招いていた。

【0007】

20 【発明が解決しようとする課題】上述したように、Fe基の軟磁性合金は、基本的にCo基に比べて安価であるという特徴を有するものの、従来のFe基アモルファス合金は高周波域での低損失化が十分に達成されていないという問題を有していた。一方、超微細結晶粒を有するFe基軟磁性合金は、高周波域において低損失が得られているものの、チョークコイルやトランスのように、優れた直流重畳特性が要求されるような用途には、直接的には適さないため、磁氣的なギャップを形成することにより対応していた。しかし、ギャップの形成は、製造コストの増大を招くのみならず、ノイズの発生原因となったり、温度上昇に伴って特性を劣化させる等の問題を招いていた。

【0008】このようなことから、高周波域において高飽和磁束密度および低損失が得られ、かつ切断によるギャップ形成を必要とせずに、優れた直流重畳特性が得られる、チョークコイルやトランス等に適したFe基磁心の出現が強く望まれていた。

【0009】本発明は、このような課題に対処するためになされたもので、切断等によりギャップを形成することなく、高周波域において高飽和磁束密度および低損失を示し、かつ優れた直流重畳特性が得られる、Fe基恒透磁率磁心を提供することを目的としている。

【0010】

【課題を解決するための手段と作用】本発明のFe基恒透磁率磁心は、Fe基結晶相とアモルファス相とを有するFe基合金からなる磁心であって、前記Fe基結晶相は平均結晶粒径が35nm〜60nmの範囲の微細結晶粒からなることを特徴としている。

【0011】本発明に用いられるFe基合金は、Fe基結晶相とアモルファス相とを有すると共に、Fe基結晶相は平

均結晶粒径が35nm~60nmの範囲の微細結晶粒を有している。本発明のFe基恒透磁率磁心は、上記したFe基合金薄帯の巻回体や積層体からなるものであって、従来の磁心のように、恒透磁率性を付与するためのギャップ形成を必要としないものである。

【0012】すなわち、本発明のFe基恒透磁率磁心は、Fe基結晶相の平均結晶粒径を上記範囲内に制御することによって、ギャップを設けることなく、例えば鉄損等の磁気特性をあまり劣化させずに、保磁力を適度に増大させ、これにより直流重畳特性の向上を図ったものである。換言すれば、高周波域における損失が少なく、かつ直流重畳特性に優れた、すなわち恒透磁率性に優れたFe基磁心である。上記保磁力の大きさは、直流重畳特性の観点から1.0Oe以上とすることが好ましく、さらに好ましくは2Oe以上である。

【0013】上記Fe基結晶相の平均結晶粒径が35nm未満では、保磁力が小さく、十分な恒透磁率性を付与することができない。また、平均結晶粒径が60nmを超えると、鉄損等の磁気特性が劣化し、高周波域での使用に適さなくなる。平均結晶粒径のより好ましい範囲は40nm~55nmであり、さらに好ましくは40nm~50nmの範囲である。また、上記Fe基結晶相はbcc-Fe固溶体を主とすることが好*
一般式: $(\text{Fe}_{1-x} \text{M}_x)_{100-a-b-c-d}$

(式中、AはCu、AuおよびAgから選ばれる少なくとも1種の元素を、MはCoおよびNiから選ばれる少なくとも1種の元素を、M'はTi、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mn、MoおよびWから選ばれる少なくとも1種の元素を、M''はAl、Ge、白金族元素および希土類元素から選ばれる少なくとも1種の元素を、XはSi、B、P、CおよびNから選ばれる少なくとも1種の元素を示し、a、b、cおよびdは $0.3 \leq a \leq 2$ 、 $0.5 \leq b \leq 4$ 、 $0 \leq c \leq 5$ 、 $15 \leq d \leq 30$ (at%)をそれぞれ満足する数を示し、かつ x は $0 \leq x \leq 0.5$ を満足する数を示す)で実質的に表される組成を有するものが例示される。

【0017】上記(1)式中におけるM元素は、飽和磁束密度の改善に有効な元素であり、これにより磁歪や軟磁気特性が改善される。ただし、その添加量をあまり多くしすぎると、逆に飽和磁束密度が低下するため、Feとの置換量を示すxの値が0.5以下となるように添加量を設定する。

【0018】A元素は、耐食性を高め、結晶粒の極端な粗大化を防ぐと共に、鉄損、透磁率等の軟磁気特性を改善するのに有効な元素である。特に、bcc相の低温での早期析出に有効である。その量があまり少ないと添加の効果が得られず、逆にあまり多いと飽和磁束密度が低下し、かつ直流重畳特性が劣化するため、A元素の添加量は0.3at%~2at%の範囲とする。好ましくは0.5at%~1.5at%の範囲である。特に優れた軟磁気特性を得る上では、Cuを用いることが好ましい。

【0019】また、M'元素は、結晶粒径の均一化に有※50

*ましい。

【0014】ここで、微細結晶粒の平均結晶粒径の測定法について説明する。一般に、1個の結晶は単結晶と見なせる複数の結晶子からなる。しかし、本発明の磁心に用いるFe基合金の結晶粒のように、微細な結晶構造を有する場合には、1個の結晶が単結晶であると考えられるため、結晶子の大きさがそのまま粒子径となる。結晶子の大きさは、一般にX線回折法により測定されるが、結晶子が微細になると得られる回折プロファイルの幅が広がり、その幅の取扱いによっては測定誤差が増大するおそれがある。一般に結晶子の大きさDと回折プロファイルの幅 β との関係は、下記のScherrerの式で与えられる。

$$[0015] D = (K \cdot \lambda) / (\beta \cos \theta)$$

(式中、 λ はX線の波長を、 θ はBragg angleを、Kは比例定数を示す)

本発明における微細結晶粒の平均結晶粒径は、上記のX線回折法により、同一試料について10回以上測定して得た結晶子の大きさ(測定値)を算術平均した値を指すものとする。

【0016】本発明のFe基恒透磁率磁心に用いるFe基合金としては、例えば



※効であると共に、磁歪および磁気異方性を低減させ、軟磁気特性の改善および温度変化に対する磁気特性の改善に有効な元素である。特に、bcc相を安定化させるのに有効であり、A元素との複合添加によりbcc相をより広い温度範囲で安定化させることができる。その量があまり少ないと添加の効果が得られないが、あまり多いとFe基結晶粒の粒径が極端に微細化するため、M'元素の添加量は0.5at%~3at%の範囲とする。好ましくは0.7at%~2.5at%の範囲である。特に、NbTaMo Wの場合は、0.7at%~2at%が好ましい。ここで、M'元素としての各添加元素は、上記した効果と共にさらにそれぞれ、4A族元素は最適磁気特性を得るための熱処理条件の拡大、5A族元素は耐脆化性の向上、6A族元素は耐食性および表面性の向上に有効である。これらの中で、特にTa、Nb、W、Moは高周波鉄損の改善、Vは耐脆化性と表面性の向上効果が顕著であり、好ましいものである。

【0020】M''元素は、軟磁気特性の改善に有効な元素である。ただし、その量があまり多いと飽和磁束密度が低下するため、その添加量は5at%以下とする。M''元素の中で、特にAlは結晶粒の微細化、磁気特性の改善およびbcc相の安定化に、Geはbcc相の安定化に、また白金族元素は耐食性、耐摩耗性の改善に有効な元素である。

【0021】Xは、製造時における合金の非晶質化を助成する元素であり、また微細結晶粒の主成分であるFeに固溶し、磁歪や磁気異方性の低減に寄与する。その量があまり少ないと、Fe基結晶粒の粒径が微細化しすぎ、直

5

流重畳特性の向上効果が十分に得られなくなるため、X元素の添加量は15at%以上とする。ただし、30at%を超えると超急冷効果が小さくなり、 μm レベルの粗大な結晶粒が析出し易くなるため、良好な軟磁気特性が得られなくなる。

【0022】本発明のFe基恒透磁率磁心は、上述した(1)式の組成を基本的に満足するように調合した合金を溶融した後、高速移動する冷却体上に射出して、一旦アモルファス状態の長尺薄帯を作製する。この際の板厚は $2\mu\text{m}$ ～ $30\mu\text{m}$ とすることが好ましく、さらに好ましくは $4\mu\text{m}$ ～ $20\mu\text{m}$ の範囲である。

【0023】次に、上記アモルファス薄帯を所定の内径、外径、高さとなるように、巻回または積層して磁心形状に成形する。なお、この磁心形状への成形前に、薄帯表面に金属アルコキシド等による絶縁処理を施してもよい。この際、磁心の端部はレーザー処理、溶接等の熱的付与により止めてもよいし、テープによる接着により止めてもよい。

【0024】この後、使用した合金の結晶化温度 T_x に対して -50°C ～ $+150^\circ\text{C}$ の範囲の温度で、上記成形体に熱処理を施し、平均結晶粒径が 35nm ～ 60nm の範囲のbcc-Fe固溶体を主とする微細結晶粒を析出させる。熱処理時の雰囲気は、窒素中やAr中等の不活性雰囲気中、真空中、大気中のいずれでもよい。上記結晶化温度 T_x は、熱分析装置例えば示差走査熱量計を用いて、 $10^\circ\text{C}/\text{分}$ の割合で昇温して得られる最初の発熱ピークに基づく温度を示すものとする。

【0025】上記した熱処理温度が $(T_x-50)^\circ\text{C}$ より低いと、微細結晶粒の析出が不十分となり、結果として直流重畳特性が悪くなる。また、 $(T_x+150)^\circ\text{C}$ より高いと、透磁率が低くなりすぎ、インダクタとしての機能が得られなくなる。このような温度による熱処理時間は、熱処理温度に応じて1分～100時間の範囲から適宜設定することが好ましい。

【0026】また、このような熱処理により析出させる微細結晶粒は、面積比で50%以上、100%未満とすることが好ましい。微細結晶粒が少なすぎると、すなわちアモルファス相が多すぎると、磁歪が比較的大きく、また鉄損も大きくなるため、磁心としては好ましくない。また、結晶相が100%である場合には、保磁力が大きくなりすぎて、極めてインダクタンス値が小さくなり、高周波トランスやチョークコイル等の用途には適さなくなる。

6

なお、上記100%とは熱分析法により溶融までの発熱反応における変態を全て起こした状態をいう。結晶相のより好ましい面積比は70%～98%の範囲である。

【0027】本発明のFe基恒透磁率磁心は、Fe基結晶相の結晶粒径を制御することによって、ギャップ形成を行うことなく、優れた恒透磁率性を付与すると共に、高飽和磁束密度や低損失等の優れた軟磁気特性を実現したものであって、直流重畳特性が必要とされる高周波用途の磁心に有効である。特に、高周波トランス、チョークコイル(ノーマルモード、コモンモード、平滑)等に有効である。本発明のFe基恒透磁率磁心では、ギャップ形成を行うことなく、優れた恒透磁率性が実現できることから、製造コストの短縮が図れると共に、漏れ磁束によるノイズを防止することができる。

【0028】

【実施例】以下、本発明の実施例について説明する。

【0029】実施例1、比較例1～2

表1に示した各組成の合金をそれぞれ溶融し、それらの溶湯を単ロール法によって超急冷して、まず幅 10mm 、板厚 $18\mu\text{m}$ のアモルファス薄帯をそれぞれ作製した。次いで、上記した各アモルファス薄帯を巻回して、外径 26mm 、内径 18mm のトロイダル形状に成形した後、それぞれ表1に示す条件で窒素雰囲気中にて熱処理を行い、微細結晶粒を析出させることにより、それぞれ目的とする磁心を得た。また、本発明との比較として、 $\text{Fe}_{77}\text{Si}_8\text{B}_{15}$ 組成のアモルファス合金薄帯を、上記実施例1と同一の磁心形状に成形し、 $420^\circ\text{C} \times 1\text{時間}$ の条件で熱処理した後に樹脂モールドし、ダイヤモンドカッタで切断してギャップを形成して磁心(比較例1)とした。なお、ギャップ長は、実施例1による磁心と同等の直流重畳特性を持つように調整した。また、 $\text{Fe}_{77}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{14}\text{B}_9$ 組成のアモルファス薄帯を、上記実施例1と同一の磁心形状に成形し、 $560^\circ\text{C} \times 1\text{時間}$ の条件で熱処理を施し、微細結晶粒を析出させて磁心(比較例2)とした。

【0030】これら各Fe基磁心の平均結晶粒径および結晶相の面積比を併せて表1に示す。なお、平均結晶粒径および結晶相の面積比は、X線回折パターンとTEM観察、さらに熱分析から評価した値である。熱分析は、熱処理前後の試料について第2結晶化ピークから得られる発熱量の比から求めている。

【0031】

【表1】

No	合金組成	熱処理条件	8	
			平均粒径 (nm)	飽和磁化 (%)
実施例1	1 $\text{Fe}_{74}\text{Cu}_1\text{Nb}_1\text{Si}_{15}\text{B}_9$	500°C, 1hr	40	90
	2 $\text{Fe}_{74.2}\text{Cu}_1\text{Nb}_{0.8}\text{Si}_{15}\text{B}_9$	480°C, 1hr	45	90
	3 $\text{Fe}_{74.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_{0.5}\text{Si}_{15}\text{B}_9$	470°C, 1hr	55	85
	4 $\text{Fe}_{74}\text{Cu}_1\text{Mo}_1\text{Si}_{15}\text{B}_9$	500°C, 1hr	43	80
	5 $\text{Fe}_{74}\text{Cu}_1\text{Ta}_1\text{Si}_{15}\text{B}_9$	500°C, 1hr	43	80
	6 $\text{Fe}_{74}\text{Cu}_1\text{V}_1\text{Si}_{15}\text{B}_9$	500°C, 1hr	45	85
	7 $\text{Fe}_{74}\text{Cu}_1\text{V}_2\text{Si}_{14}\text{B}_7$	460°C, 1hr	46	80
	8 $\text{Fe}_{74}\text{Cu}_1\text{Cr}_2\text{Si}_{15}\text{B}_8$	450°C, 1hr	55	85
	9 $\text{Fe}_{73}\text{Cu}_1\text{Mn}_3\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$	450°C, 1hr	60	85
	10 $(\text{Fe}_{0.9}\text{Co}_{0.1})_{74.2}\text{Cu}_1\text{Nb}_{0.8}\text{Si}_{13}\text{B}_{11}$	500°C, 1hr	46	90
	11 $(\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3})_{75}\text{Cu}_1\text{Nb}_1\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$	500°C, 1hr	46	95
	12 $(\text{Fe}_{0.8}\text{Ni}_{0.2})_{75}\text{Cu}_1\text{Mo}_1\text{Si}_{15}\text{B}_7$	500°C, 1hr	45	95
	13 $\text{Fe}_{74}\text{Au}_1\text{Mo}_1\text{Si}_{15}\text{B}_9$	490°C, 1hr	47	80
	14 $\text{Fe}_{74}\text{Ag}_1\text{Mo}_1\text{Si}_{15}\text{B}_9$	520°C, 1hr	52	85
	15 $\text{Fe}_{73}\text{Cu}_1\text{V}_2\text{Si}_{11}\text{B}_8\text{P}_5$	470°C, 1hr	46	80
	16 $\text{Fe}_{74}\text{Cu}_1\text{Ta}_1\text{Si}_{15}\text{P}_9$	490°C, 1hr	44	85
	17 $\text{Fe}_{73}\text{Cu}_1\text{V}_2\text{Si}_{13}\text{B}_9\text{C}_2$	450°C, 1hr	46	85
	18 $\text{Fe}_{73}\text{Cu}_1\text{V}_2\text{Si}_{13}\text{B}_9\text{N}_2$	450°C, 1hr	48	85
	19 $\text{Fe}_{74}\text{Cu}_1\text{V}_1\text{Al}_2\text{Si}_{14}\text{B}_8$	490°C, 1hr	43	85
	20 $\text{Fe}_{74}\text{Cu}_1\text{V}_1\text{Ge}_2\text{Si}_{14}\text{B}_8$	500°C, 1hr	43	80
比較例1	$\text{Fe}_{77}\text{Si}_8\text{B}_{15}$	420°C, 1hr	—	—
比較例2	$\text{Fe}_{73}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{14}\text{B}_9$	580°C, 1hr	10	80

上記実施例1による各磁心、および比較例1、2による各磁心の磁気特性として、100kHz励磁したときの直流重量特性、飽和磁化および保磁力を測定した。直流重量特性は、バイアス磁場を印加した状態でLCRメータを用いて測定した。また、飽和磁化および保磁力は、直流Hト*
 *レーサを用いて測定した。これらの測定結果を表2にまとめて示す。
 【0032】
 【表2】

	期 No	飽和磁化 (kG)	直流重畳特性 (Oe)	保磁力 (Oe)	鉄損 (mW/cc)
実 施 例 1	1	14.5	64	2.2	1100
	2	14.8	88	3.8	1300
	3	15.0	75	8.2	1700
	4	14.3	67	2.7	1150
	5	14.4	67	3.0	1200
	6	14.5	68	3.5	1200
	7	14.0	70	4.2	1250
	8	13.9	75	7.9	1800
	9	13.6	77	9.0	2000
	10	15.1	71	5.0	1400
	11	15.3	71	6.3	1500
	12	13.8	69	3.9	1200
	13	14.5	70	5.0	1350
	14	14.4	73	7.0	1800
	15	14.0	70	5.2	1450
	16	13.9	67	3.3	1300
	17	13.9	70	5.2	1500
	18	14.0	72	6.8	1500
	19	13.8	67	3.0	1150
	20	13.8	67	3.2	1100
比較例1		15.5	65	—	3000
比較例2		13.5	0.15	0.008	300

表2から明らかなように、本発明によるFe基磁心は、高飽和磁化および低損失を示し、かつ適度な保磁力を有するために、磁気的なギャップを形成した比較例1の磁心と同様な、優れた直流重畳特性が得られている。これらのことから、本発明によれば、簡単なプロセス（低コスト）で、低損失でかつ優れた直流重畳特性を有するFe基磁心が得られることが明らかである。

【0033】実施例2

上記実施例1による試料No.1のFe基磁心と、比較例2の磁心を樹脂モールドした後に、ダイヤモンドカッタで実施例1の磁心と同等の直流重畳特性を持つようにギャップを形成した磁心とを、フォワード式のスイッチング電

*源（スイッチング周波数150kHz、出力 50W）の出力チョークコイルとしてそれぞれ使用して、スペクトルアナライザで出力ノイズの評価を行った。その結果、基本周波数成分でのノイズにおいて、上記実施例によるFe基磁心は比較例の磁心に比べて、3dB低減されていることを確認した。

【0034】

【発明の効果】以上説明したように、本発明のFe基恒透磁率磁心によれば、高周波域において高飽和磁束密度および低損失が得られると共に、優れた直流重畳特性が再現性よく実現できる。よって、切断等により磁気的なギャップを形成することなく、高周波用のチョークコイル

(7)

特開平6-181113

11

12

やトランス等に適した、安価なFe基磁心を提供することが可能となる。

【0035】

フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

8834-5E

H 0 1 F 27/24

J